

ICS 71.060.40  
G 11  
备案号:21383—2007

# HG

## 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3942—2007

---

### 工业用氢氧化钠 金属及非金属离子含量的测定 ICP 法

Sodium hydroxide for industrial use  
-Determination of metal and nonmetal ions content-ICP method

2007-07-20 发布

2008-01-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

## 前 言

本标准参考国内企业检验方法标准而制定。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会氯碱产品分会(SAC/TC63/SC6)归口。

本标准起草单位:锦西化工研究院、上海氯碱化工股份有限公司。

本标准主要起草人:陈沛云、张寰宇、李富荣、胡立明。

请注意本标准的某些内容有可能涉及专利,本标准的发布机构不应承担识别这些专利的责任。

# 工业用氢氧化钠 金属及非金属离子含量的测定 ICP 法

## 1 范围

本标准规定了采用电感耦合等离子体原子发射光谱仪(ICP)测定工业用氢氧化钠中金属及非金属离子含量的方法。

本标准适用于工业用氢氧化钠产品。

## 2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备(GB/T 602—2002, neq ISO 6353-1 : 1982, Reagents for chemical analysis—Part 1: General test methods)

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—1992, neq ISO 3696 : 1987)

## 3 原理

根据标样和试样中金属离子及非金属离子在电感耦合等离子体原子发射光谱上的特征光谱强度的比例关系来确定试样中各离子的含量。

## 4 试剂和材料

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯试剂和 GB/T 6682 中规定的一级水或相当纯度的水。

试验中所需杂质测定用标准溶液,在没有其他规定时均按 GB/T 602 之规定制备。

### 4.1 盐酸,优级纯。

### 4.2 离子标准溶液,钙、镁、铜、铁、铝、镍、硅、铅、镉、铬、汞、砷等各为 0.1 mg/mL。

### 4.3 金属离子标准混合溶液:5 $\mu$ g/mL。

分别量取 5.00 mL 离子(硅除外)标准溶液(4.2)置入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

### 4.4 硅标准溶液:5 $\mu$ g/mL。

量取 5.00 mL 硅标准溶液置入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

## 5 仪器和设备

一般实验室仪器和以下仪器。

### 5.1 电感耦合等离子体原子发射光谱仪(ICP)。

### 5.2 容量瓶,250 mL、50 mL(聚乙烯材质)。

### 5.3 烧杯,聚乙烯材质。

## 6 分析步骤

### 6.1 试样的制备

称取相当于氢氧化钠 10 g 的实验室样品,精确到 0.01 g,置于烧杯(5.3)中,加适量水,再加入 50 mL 盐酸(4.1),冷却至室温后,移至 250 mL 聚乙烯容量瓶(5.2)中,稀释至刻度,摇匀。

## 6.2 试料

6.2.1 分别量取 20.0 mL 试样溶液(6.1)置于 4 个 50 mL 容量瓶中,再分别加入金属离子标准混合溶液(4.3)0.0 mL、1.0 mL、2.0 mL、4.0 mL,用水稀释至刻度,摇匀。

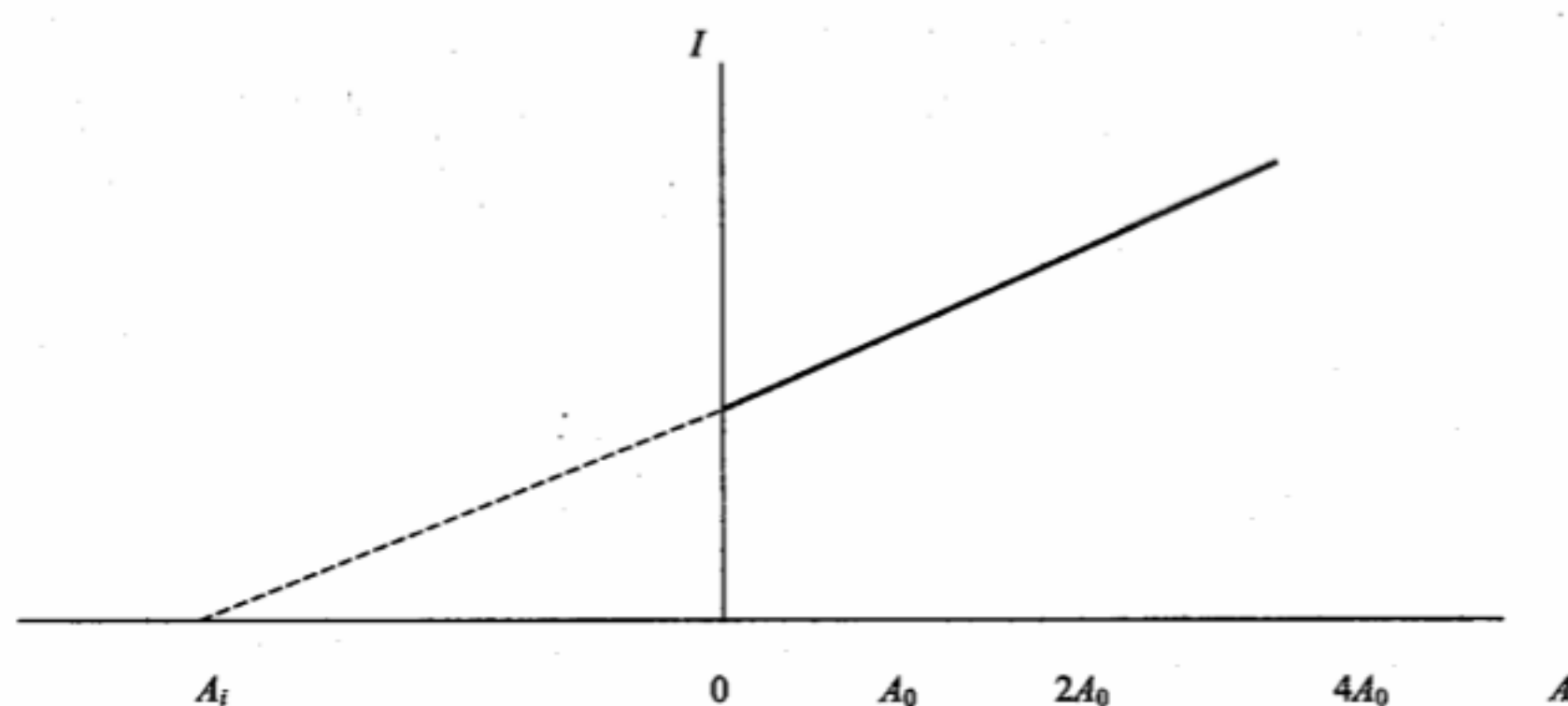
6.2.2 分别量取 20.0 mL 试样溶液(6.1)置于 4 个 50 mL 容量瓶中,再分别加入硅标准溶液(4.4)0.0 mL、1.0 mL、2.0 mL、4.0 mL,用水稀释至刻度,摇匀。

## 6.3 测定

### 6.3.1 金属离子含量的测定

开启 ICP 仪,待仪器运转稳定后,在所选优化条件下,分别测得各离子不同浓度的发射光谱强度,以光谱强度  $I$  对离子含量  $A$  作图。以标准加入法确定各离子的含量。

此曲线不通过原点,相应的截距所反映的发射光谱强度是待测离子所引起的效应。外延曲线与横坐标相交,对应于原点与交点的距离即为试样中该离子的质量  $A_i$ 。



### 6.3.2 硅含量的测定

试料中硅的测定方法同 6.3.1。

## 7 结果计算

金属及非金属元素的含量以  $X_i$  表示,单位以  $\mu\text{g/g}$  表示,按式(1)计算:

$$X_i = \frac{A_i}{m \times 20/250} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$A_i$ ——试样中金属及非金属离子质量的数值,单位为微克( $\mu\text{g}$ );

$m$ ——样品的质量的数值,单位为克(g)。

或用操作软件所携带的计算功能计算结果。

平行测定结果的相对偏差应不大于平均值的 10 %。

取平行测定结果的算术平均值为报告结果。

## 8 试验报告

- a) 采用本标准。
- b) 识别测试样品的详细信息。
- c) 所用仪器及操作条件。
- d) 检验中的异常现象。
- e) 试验结果,包括单次测定值和平均值。
- f) 试验日期。